

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-003238

(43)Date of publication of application : 09.01.2001

(51)Int.Cl. D02J 1/22
D06M 11/38
D06M 11/50
D06M 11/54
// D06M101:10

(21)Application number : 11-172730

(71)Applicant : KURABO IND LTD

(22)Date of filing : 18.06.1999

(72)Inventor : UMEHARA RYO
KANDA TAKASHI
YAMADA MASARU
KARAKAWA TADASHI

(54) LONG AND THIN ANIMAL HAIR FIBER AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a long and thin animal hair fiber which has a fixed drawn state, has a decreased fiber diameter without deteriorating the restorability of the crimps, has an increased fiber length, and has gloss, and to provide a method for producing the animal hair fiber.

SOLUTION: This long and thin animal hair fiber is obtained by swelling and plasticating an animal hair fiber with a basic aqueous solution and then drawing the fiber into a length of substantially 1.20 to 1.60 times, and is fixed in the long and thin shape. The method for producing the long and thin animal hair fiber comprises (a) a process for really twisting an animal hair sliver, (b) a process for swelling and plasticating the twisted animal hair sliver in a basic aqueous solution, (c) a process for reducing disulfide bonds in the swollen and plasticated fiber to cut the disulfide bonds, (d) a drawing process for drawing the reduced, swollen and plasticated fiber into a length of substantially 1.20 to 1.60 times, (e) a process for oxidizing the drawn animal hair fiber with an oxidizing agent, and (f) a process for neutralizing the oxidized animal hair fiber with an acid.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 18.06.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3113651

[Date of registration] 22.09.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-3238

(P2001-3238A)

(43) 公開日 平成13年1月9日 (2001.1.9)

| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テマコード* (参考) |
|---------------------------|------|--------------|-------------|
| D 0 2 J 1/22 | | D 0 2 J 1/22 | L 4 L 0 3 1 |
| D 0 6 M 11/38 | | D 0 6 M 3/04 | 4 L 0 3 6 |
| 11/50 | | | |
| 11/54 | | | |
| // D 0 6 M 101:10 | | | |

審査請求 有 請求項の数13 O L (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願平11-172730

(22) 出願日 平成11年6月18日 (1999.6.18)

(71) 出願人 000001096

倉敷紡績株式会社

岡山県倉敷市本町7番1号

(72) 発明者 梅原 亮

愛知県栗原郡木曾川町黒田25-1 倉敷紡績株式会社木曾川工場内

(72) 発明者 神田 卓志

愛知県栗原郡木曾川町黒田25-1 倉敷紡績株式会社木曾川工場内

(74) 代理人 100062144

弁理士 青山 葆 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 細長化獣毛繊維およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 延伸状態を固定し、クリンプの復元性を損なうことなく繊維直径を減少させ、繊維長を増加させた光沢を有する細長化獣毛繊維およびその製造方法を提供する。

【解決手段】 塩基による膨潤可塑化後、実質1.20～1.60倍に延伸して得られた細長化形態が固定された細長化獣毛繊維。a) 獣毛スライバーに実燃を加える工程、b) 加燃獣毛スライバーを塩基性水溶液により膨潤可塑化处理する工程、c) 膨潤可塑化繊維中のジサルファイド結合を切断する還元工程、d) 還元された膨潤可塑化繊維を実質1.20～1.60倍に延伸する延伸工程、e) 酸化剤により延伸獣毛繊維の酸化工程、f) 酸による中和工程、を含む上記の細長化獣毛繊維の製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 塩基による膨潤可塑性後、実質 1.20～1.60 倍に延伸して得られた細長化形態が固定された細長化獣毛繊維。

【請求項 2】 実質 1.30～1.60 倍の延伸による細長化形態が元の獣毛繊維の繊度に対して 2%～30% 細い形態に永久固定的であり、復元されたクリンプを有する請求項 1 に記載の細長化獣毛繊維。

【請求項 3】 実質 1.20～1.30 倍の延伸による細長化形態が元の獣毛繊維の繊度に対して 2%～15% 細い形態に一時固定的であり、クリンプ発現能を有する請求項 1 に記載の細長化獣毛繊維。

【請求項 4】 湿熱によりクリンプを発現することのできる請求項 3 に記載の細長化獣毛繊維。

【請求項 5】 以下の工程：

- a) 獣毛スライバーに実燃を加える工程、
 - b) 加燃獣毛スライバーを塩基性水溶液により膨潤可塑性処理する工程、
 - c) 膨潤可塑性繊維中のジサルファイド結合を切断する還元工程、
 - d) 還元された膨潤可塑性繊維を実質 1.30～1.60 倍に延伸する延伸工程、
 - e) 延伸獣毛繊維を酸化することによりジサルファイド結合を再生する工程、
 - f) 酸による中和工程、
 - g) 弛緩状態での乾燥工程、
- を含む請求項 2 に記載の細長化獣毛繊維の製造方法。

【請求項 6】 以下の工程：

- a) 獣毛スライバーに実燃を加える工程、
 - b) 加燃獣毛スライバーを塩基性水溶液により膨潤可塑性処理する工程、
 - c) 膨潤可塑性繊維を実質 1.20～1.30 倍に延伸する延伸工程、
 - d) 酸による中和工程、
 - e) 緊張下での乾燥工程、
- を含む請求項 3 または 4 に記載の細長化獣毛繊維の製造方法。

【請求項 7】 膨潤可塑性と還元とを 1 工程で行う請求項 5 に記載の細長化獣毛繊維の製造方法。

【請求項 8】 膨潤可塑性処理が、加燃獣毛スライバーを膨潤剤および可塑性剤を含む pH 7.6～10.5 の塩基性水溶液中に、30℃～80℃で 5 分～40 分間浸漬して行われる請求項 5～6 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 9】 膨潤可塑性剤がモノエタノールアミン、アルカリ金属またはアンモニウムの炭酸塩または重炭酸塩から選ばれる塩基である請求項 5～8 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 10】 還元剤がアルカリ金属またはアンモニウムの重亜硫酸塩または亜硫酸塩から選ばれる請求項 5

に記載の製造方法。

【請求項 11】 延伸処理がニップローラーで行われる請求項 5～8 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 12】 延伸処理が熱水中または加熱水蒸気中で行われる請求項 5～8 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 13】 延伸獣毛繊維の酸化が過酸化水素を用いて行われる請求項 5 に記載の製造方法。

【請求項 14】 中和処理がギ酸を用いて行われる請求項 5～8 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 15】 請求項 3 に記載の細長化獣毛繊維と未延伸獣毛繊維とを混合し紡績した後、一時的に形態固定された獣毛繊維を元の長さに戻すことによる膨らみのある獣毛紡績糸の製造方法。

【請求項 16】 元の長さに戻すために混紡糸を 40～100℃の温熱水または 1～2 気圧の水蒸気で処理する請求項 15 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、延伸により細長化したのちこの状態を一時的または永久に固定した細長化獣毛繊維およびその製造方法、およびこの細長化獣毛繊維を混合して得られる紡績糸に関する。

【0002】

【従来の技術】従来から、獣毛繊維のバルキー化、軽量化、保温性の改良やより細番手紡績糸を製造するため、延伸処理を施す試みがなされている。特公昭 44-15136 号公報では、羊毛トップを 1 本子、2 本子、多本子の加燃様式に従って撚掛けし、浸透剤、非イオン活性剤を含む 70℃の水中で 30%の延伸を与え約 50℃にて約 1 時間延伸セット処理し、水中を通して冷却し解燃、風乾する方法が開示されている。その処理目的は延伸仮セットであり、そのため、後の工程で緩和処理を施し仮セットを崩壊させ、羊毛の捲縮を再発現させるものである。

【0003】特公昭 46-33141 号公報では、羊毛スライバーを 1 本子、2 本子、多本子の加燃様式で 20 g/m の羊毛スライバーでは約 0.05～0.4 回/cm 程度に加燃し、100℃の水中で 30%延伸し、約 1 時間延伸およびセット処理するかあるいは約 80℃のモノエタノールアミンバイサルファイドの 2%水溶液中で 20%延伸し、40 分間セット処理を継続し、水洗、解燃し、風乾、あるいは乾燥することによる潜在収縮および潜在クリンプ性を付与する方法が開示されている。しかし、羊毛繊維の繊維直径を減少させ、繊維長を増加させる方法ではない。

【0004】特開平 5-500989 号公報では、羊毛のステープルファイバーを細長化するために仮撚方式による複雑な延伸装置および延伸方法が開示されているが、50～110 g/m 無撚スライバーあるいはロービングを 0.25～1 g/l の湿潤剤、蛋白質繊維内にメ

ルカプトアニオンを生成させる可塑剤として、1～75 g/lのナトリウム、アンモニウム、カリウムの亜硫酸塩、重亜硫酸塩、メタ重亜硫酸塩、単なるアルカリ、アルカリ塩、ナトリウムまたはアンモニウムチオグリコレートの記載があるが、これらによるメルカプトアニオンの生成は、アルカリ側ではじめて可能である。従って、蛋白繊維のアルカリ下の延伸であるが、可塑化させるためには、十分な浸漬時間と比較的に高い温度が必要である。低温で、数秒程度の浸漬時間では、スライバー束を100%延伸、実質60%延伸しても、単繊維の切断が発生し、短繊維の多い延伸スライバーとなる。無燃のスライバーを蛋白繊維を可塑化するために13.2m/minあるいは3m/minあるいは6m/minの速度で浸漬バスに送り、合成繊維の紡績工程でよく用いられる仮撚方法を用いて撚係数120あるいは180程度に撚掛し100%程度延伸し、2分間の滞留時間でスチーム還元セットし、無燃の状態に戻して過酸化水素浴で酸化し、水洗、乾燥する方法であるが、永久セットを安定化させるために酸化・還元セットは行われているが、酸・塩基による中和処理は行われていない。従って、アルカリ性を帯びた延伸蛋白質繊維となり、後の工程での熱処理等によって黄変化の傾向をもたらす方法である。

【0005】特開平7-3556号公報では繊維長30mm以上の獣毛繊維無撚スライバーを80℃の熱水や1.0%チオグリコール酸、1.5モルの尿素、25%アンモニア水でpH2.5に調整した80℃の水溶液や2.0%チオグリコール酸、1.5モルの尿素、28%アンモニア水でpH3.7に調整した80℃の水溶液に浸漬処理し、小径のニップローラーを用いて、最初6個のニップローラー間で各々1.05倍ずつ延伸し、次に、6個のニップローラー間で1.49倍延伸し、同時に2kg/cm²の蒸気圧でスチーミング処理して還元セットを行い、後の工程で、トップ染色機を用いて、1%の過酸化水素でpH7、40℃、10分間酸化処理し、バックウォシャーで洗浄、乾燥する方法であるが、無撚のスライバーをローラー延伸しているため、工程操作上のトラブル、特にローラーへの繊維の巻き付きやスライバーのすぬけ、それに伴う低生産性、コスト高等が問題である。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】天然羊毛の場合、最高の細番手繊維として繊維直径で15～16ミクロンが限度である。その産毛量は極端に少なく、非常に高価であり、それ故に、安価に供給できる工業的な技術が望まれている。獣毛繊維、特に羊毛繊維の単繊維を水中で十分に膨潤させ延伸すると50%～60%まで延伸できることが知られている。しかし、この状態をバイラテラル構造を崩すことなく、永久的に伸長状態を保持し、繊維長を増加させた細長化繊維を得る方法は知られていない。本発明は、上記のような細長化獣毛繊維およびそれを得るための製造方法を提供するものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は、塩基による膨潤可塑化後、実質1.20～1.60倍に延伸して得られた細長化形態が固定された細長化獣毛繊維に関する。特に、本発明は、実質1.30～1.60倍の延伸による細長化形態が元の獣毛繊維の繊度に対して2%～30%細い形態に永久固定的であり、復元されたクリンプを有する上記細長化獣毛繊維に関する。詳しくは、本発明は、以下の工程：

- a) 獣毛スライバーに実撚を加える工程、
 - b) 加撚獣毛スライバーを塩基性水溶液により膨潤可塑化処理する工程、
 - c) 膨潤可塑化繊維中のジサルファイド結合を切断する還元工程、
 - d) 還元された膨潤可塑化繊維を実質1.30～1.60倍に延伸する延伸工程、
 - e) 延伸獣毛繊維を酸化することによりジサルファイド結合を再生する工程、
 - f) 酸による中和工程、
 - g) 弛緩状態での乾燥工程、
- を含む上記の細長化獣毛繊維の製造方法に関する。

【0008】また、本発明は、実質1.20～1.30倍の延伸による細長化形態が元の獣毛繊維の繊度に対して2%～15%細い形態に一時固定的であり、クリンプ発現能を有する上記細長化獣毛繊維に関する。また詳しくは、本発明は、以下の工程：

- a) 獣毛スライバーに実撚を加える工程、
 - b) 加撚獣毛スライバーを塩基性水溶液により膨潤可塑化処理する工程、
 - c) 膨潤可塑化繊維を実質1.20～1.30倍に延伸する延伸工程、
 - d) 酸による中和工程、
 - e) 緊張下での乾燥工程、
- を含む上記細長化獣毛繊維の製造方法に関する。

【0009】より詳しくは、本発明は、膨潤可塑化処理が、加撚獣毛スライバーを膨潤剤および可塑化剤を含むpH7.6～10.5の塩基性水溶液中に、30℃～80℃で5分～40分間浸漬して行われる上記製造方法に関する。更に、本発明は、上記のクリンプ発現能を有する細長化獣毛繊維と未延伸獣毛繊維とを混合し紡績した後、一時的に形態固定された獣毛繊維を元の長さに戻すことによる膨らみのある獣毛紡績糸の製造方法に関する。

【0010】

【発明の実施の形態】本発明の細長化獣毛繊維は、獣毛繊維を実質1.20～1.60倍、好ましくは1.25～1.50倍に延伸することにより細長化され、細化化された状態が一時的または永久的に固定されたものである。ひとつの態様では、本発明の細長化獣毛繊維は、細長化形態が実質的に永久的に固定された天然の獣毛では

存在しない細さを有し、且つ羊毛本来のクリンプを有する繊維である。また、もうひとつの態様では、本発明の細長化獣毛繊維は、細化状態が一時的に固定されており、緩和処理によりクリンプを発現することのできる繊維である。通常繊維に延伸を加えた場合、完全な塑性変形ということはありません、弾性変形が含まれるため、延伸後弾性変形の部分は変形を回復する。そのため印加した延伸倍率の大きさと繊維に残る実質延伸倍率とは異なる。本発明において、これを区別して表すため、加撚された繊維束の実質延伸倍率を「実質」を加えて表現した。また、「細長化形態が永久的に固定されている」とは、紡績や染色工程などを含む通常の繊維の取り扱いや処理によっては形成された細長形態が実質的に失われないことを意味する。また、「細長化形態が一時的に固定されている」とは、細長化形態の固定が永久的または半永久的でなく、何らかの緩和処理によって、細長化形態が失われ得る固定状態のことを言う。また、「クリンプ発現能」とは、緩和処理することにより、獣毛がもともと有していたクリンプを再生することができることをいう。クリンプ還元や一次的に固定された細長化状態からの開放をもたらすための処緩和理としては温水、熱水、スチーム処理が挙げられる。特に好ましい緩和処理方法は熱水またはスチーム処理である。

【0011】本発明における獣毛繊維の可塑性、膨潤化処理は延伸処理を円滑に行い、しかも細長化状態を永久的に固定化するために最も重要な工程であり、本発明の細長化獣毛繊維の製造方法の本質をなすものである。以下、本発明の基礎をなす技術思想について説明する。

1) 獣毛繊維はスピンドル形状をした細胞組織から成り立っており、緻密な組織からなるパラコルテックスと、緻密性と規則性が低い組織からなるオルソコルテックスからなり、したがってパラコルテックスの密度（1.280より高い）はオルソコルテックスの密度（1.280より低い）より高く、バイラテラル構造を有しクリンプの形成に深く関与している。パラコルテックスは、常にクリンプ湾曲の内側に位置し、一方オルソコルテックスは外側に位置し、量的にはパラコルテックスよりもオルソコルテックスが支配的である。オルソコルテックスは、塩基性染料により染色されやすく、一方パラコルテックスは酸性染料に染色しやすい。この意味から、オルソコルテックスは、親塩基性であり、パラコルテックスは親酸性である。獣毛繊維を苛性ソーダや炭酸ソーダ、あるいは有機アミン等の塩基性や薬剤の水溶液に浸漬すると、当然、塩基性薬剤は親酸性のパラコルテックスよりも親塩基性のオルソコルテックスに選択的吸収され、オルソコルテックスは繊維の断面方向に、その量的関係もあって、約2倍程度膨潤し、その結果、ケラチン蛋白質の高分子鎖の結合が弛み、当然延伸性を高めることになる。本発明はこの性質を十分に利用したものである。

【0012】2) パラコルテックスはシスチン含量がオルソコルテックスよりも高く、当然パラコルテックスはシスチン架橋密度が高く可塑性、膨潤化されにくい、重亜硫酸ソーダ等のシスチン架橋切断剤を用いてシスチン架橋結合を切断することにより延伸性を高めることができる。切断された架橋は、延伸後の工程で、酸化剤の作用によってシスチン/システイン（ $-SS-/-SH$ ）の交換反応を利用して再架橋され、細長化された獣毛繊維の構造が固定される。

10 【0013】3) 羊毛繊維を細長化するためには、実質1.2倍～1.6倍もの高延伸をする必要があり、するためには可塑性、膨潤化処理を温度を高め、時間を掛けて丹念に行わなければならない、常温、数秒程度の該可塑性、膨潤化水溶液への浸漬では十分に延伸されずに該繊維は切断され、繊維切れの多い短繊維含有量の多い延伸処理スライバーを製造することになる。

20 【0014】4) 該可塑性、膨潤化処理は塩基性下での処理であるため、ケラチン蛋白質分子のポリペプチド構造を安定化するためには中和処理を施すことが必須の条件となるが、酸と塩基のバランスをとることは該構造をより安定化させるために必要にして十分な条件となる。したがって塩基量が多ければ、それだけ酸量を多くとる必要がある。

5) 獣毛繊維のコルテックス細胞は、紡錘状の細胞であり、オルソコルテックスの紡錘状の細胞の長さはパラコルテックスのそれよりもいくぶん長く、クリンプの湾曲に影響し、塩基性条件下の還元処理では、オルソコルテックス側で極端に断面方法に膨潤しており、その結果長さ方向には収縮する。これを酸で中和することによりオルソコルテックスを脱膨潤させ、断面方向に収縮するとともに、長さ方向に伸びて、長さおよびクリンプともに原状に復することになる。

【0015】6) 獣毛繊維スライバーに実撚を掛け、該可塑性、膨潤化水溶液に浸漬して高延伸し、該酸化処理を施すと、強い撚と、高い延伸のため、該繊維束の各繊維に横圧力が加わり該繊維は扁平化され、その繊維内部から、細胞と細胞との間に存在する低シスチン含量の可溶性蛋白質接合物質であるセメント質が流出し、該繊維の表面を覆う。このため表面光沢の低下をもたらす、また、セメント質が乾燥すると獣毛繊維束の各繊維を接着することになり該繊維束は硬直化し、ギル開織が非常に難しくなり、繊維切れを引き起こす。この段階で蛋白質の膨潤剤、変性剤である酸、例えばギ酸で処理することにより繊維表面に覆っていたセメント質は取り除かれ、光沢も回復することができる。このギ酸等の酸による処理は、上記塩基性下の還元処理を中和する効果をも同時に奏することができる画期的な処方である。

50 【0016】本発明で使用する獣毛繊維としては、蛋白質繊維から構成された繊維であって、羊毛、モヘア、アルパカ、カシミヤ、ラマ、ビキューナ、キャメル類であ

る。その中でも羊毛、モヘア、アルパカが好ましい。

【0017】本発明の細長化形態が永久的に固定され、復元されたクリンプを有する細長化獣毛繊維の第1の態様、および細長化形態の固定が一時的でありクリンプ発現能を有する細長化獣毛繊維の第2の態様を含む製造方法について、工程を追って説明する。細長化獣毛繊維は

a) 獣毛スライバーに実燃を加える工程、

b) 加燃獣毛スライバーを塩基性水溶液により膨潤可塑化処理する工程、

c) 膨潤可塑化繊維中のジサルファイド結合を切断する還元工程、

d) 還元された膨潤可塑化繊維を実質1.20～1.60倍に延伸する延伸工程、

e) 酸化剤により延伸獣毛繊維の酸化工程、

f) 酸による中和工程、

g) 弛緩状態での乾燥工程、

の工程を経て製造することができる。なお、通常は、前の工程で加えられた処理剤や反応物を除去するために、延伸工程、酸化工程および中和工程の後に、洗浄工程、好ましくは温水による湯洗工程を設けるのが好ましい。20 湯洗を行う場合は、その熱により構造が緩和されて好ましくない収縮が生じるのを防ぐために、好ましくは、繊維をわずかに緊張した状態で行う。

【0018】まず、第1の工程として、獣毛繊維には、スライバー状態で実燃を加える。延伸に先だって実燃を掛けておくことにより、ローラーへの巻き付きやスライバーのす抜けを防止することができ、そのようなトラブルによる生産性の低下を回避することができる。

【0019】本発明における撚掛方法については、撚掛機の種類は特に制限はなく、フライヤー式撚掛機を用いて実燃を掛けする場合を例にとると、羊毛スライバーの場合は20～40g/m程度、例えば約37g/m程度に調整し、実燃を16回/m～25回/m程度加えるのが好ましい。モヘア、アルパカの場合は、繊維自体に抱合性が乏しいため、例えば約37g/mのスライバーに対して、20回/m～30回/m程度の撚掛が必要である。30

【0020】第2の工程では、加燃獣毛スライバーを塩基によって膨潤可塑化する。上記したように膨潤可塑化により、獣毛繊維は径を増すとともに長さ方向に収縮するが、獣毛繊維はクリンプの外側は大部分オルソコルテクスからなり、一方クリンプの内側は大部分パラコルテクスからなるバイラテラル構造を有している。また、オルソコルテクスは塩基に対してより親和性を有するため、塩基による膨潤、可塑化はオルソコルテクスにおいてより大きい。したがって、塩基を用いて膨潤する場合、クリンプの外側であるオルソコルテクスがより顕著に長さを収縮するため、クリンプは失われ、直線状またはそれに近い形態となる。本発明において、必要な膨潤の程度は、体積膨潤度が少なくとも2.0倍であることが好ましく、2.0～2.5倍であることがより 50

好ましい。特に好ましくは2.0～2.1倍である。

【0021】本発明における有用な膨潤化剤としては、例えばナトリウム、アンモニウムまたはカリウムの炭酸塩、カセイソーダ、水酸化カリウムを挙げることができる。また可塑化剤としては、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン等のアミン類が挙げられる。これらは単独で使用することもできるし、併用して用いてもよい。好ましくは1g/l～3g/lのモノエタノールアミンおよびpHを7.5～9.0に調整するための苛性ソーダ約8g/l～13g/lを併用して含む水溶液を用いる。特に好ましくは、2g/lのモノエタノールアミンおよび10g/lの苛性ソーダを含む水溶液である。処理された獣毛繊維に対してこれらの水溶液は大過剰で用いられるか、水溶液に常時処理剤を補給して水溶液濃度が一定に保持される。浸漬温度については、30℃～60℃、好ましくは、40℃、浸漬時間としては、20分～50分、好ましくは30分である。

【0022】膨潤可塑化された獣毛繊維を、延伸に先だって、繊維組織中のジスルフィド結合-S-S-を切断するために還元処理を行う。還元処理に用いることのできる還元剤としては、ナトリウム、カリウムまたはアンモニウムの亜硫酸塩、重亜硫酸塩またはメタ重亜硫酸塩、ナトリウムチオグリコール酸、アンモニウムチオグリコール酸、モノエタノールアミンサルファイド、モノエタノールアミンバイサルファイド等を例示できる。好ましくは重亜硫酸ナトリウムまたは亜硫酸ナトリウムである。これらの還元剤による還元処理は還元剤の種類および濃度によって異なるが、通常は60～100℃で1分～3分間、好ましくは80～100℃で1分～2分間である。また水溶液中での還元剤の濃度は10～50g/l、好ましくは20～40g/lである。還元の程度は、全ジスルフィド結合の少なくとも25%であることが好ましく、25～40%であることがより好ましい。特に好ましくは25～30%である。本発明の第2の態様の細長化獣毛繊維の製造においては、この還元工程は行うことなく、膨潤可塑化した獣毛スライバーをそのまま延伸工程にかける。

【0023】可塑化、膨潤化処理、または更に還元処理を十分に行った獣毛繊維は、実質倍率として1.20倍以上、好ましくは1.20～1.60倍、特に好ましくは1.30～1.60倍に延伸される。延伸は80～100℃の熱水中、または90～95℃の水蒸気中で行うことにより糸切れを少なくして延伸することができる。延伸は異なる表面速度で回転するローラー間で行なうことができる。また延伸は必ずしも1段で行う必要はなく、多段に行ってもよく、一般には後者の方がより安定に高延伸倍率まで可能となる。

【0024】延伸後の獣毛繊維は、通常は、膨潤可塑化剤および還元剤を除去するために、30～60℃、好ましくは45～50℃の熱湯中で洗浄する。洗浄を行うに

は、延伸状態が緩和されないように緊張化で行うのが好ましい。延伸、湯洗後の獣毛繊維は、繊維中の酸化還元状態を平衡化させるために、羊種によって多少異なるが、シスチン/システイン(—SS—/—SH)比を900($\mu\text{mol/g Wool}$)/10($\mu\text{mol/g Wool}$) \sim 700/50、好ましくは800/10 \sim 700/30の範囲にバランスさせるために酸化剤で処理を行う。還元量が多ければ、当然酸化量も多くする必要があり、そのバランスをとることが化学セットを永久的に固定化させることになる。この処理により、先の還元工程で開裂した—S—S—架橋が再架橋され、原毛の状態にはほぼ近い架橋状態が形成される。酸化剤としては、過酸化水素、臭素酸カリ、臭素酸ナトリウム、硝酸ナトリウム、硝酸カリ等を用いることができる。好ましくは過酸化水素である。過酸化水素は該繊維に残留した過酸化水素を容易に除去できる点で好ましい。酸化剤として過酸化水素を用いる場合、水溶液としての過酸化水素の濃度は好ましくは1 \sim 3重量%、特に好ましくは2.8重量%である。酸化剤による処理温度および時間は、例えば過酸化水素濃度が2.8重量%の場合、50 \sim 90℃で90秒 \sim 150秒、好ましくは、120秒である。還元処理を行わない本細長化獣毛繊維の第2の態様の場合は、当然この酸化処理工程も必要がない。

【0025】酸化剤による上記処理を受けた獣毛繊維は、通常は、繊維中の酸化剤を除去するために40 \sim 60℃の湯を用いて洗浄する。次いで獣毛繊維は、残存する塩基成分の中和と延伸工程中に繊維内部からしみ出して繊維表面に付着している可溶性蛋白質を除去するために、酸による中和処理を行う。中和剤として、無機酸として、塩酸、硫酸、有機酸として、酢酸、ギ酸、シュウ酸が好ましく、特に、ギ酸が好ましい。処理条件としては、pH2.0 \sim pH4.5の水溶液中に常温で、40秒 \sim 80秒浸漬して洗浄すればよい。好ましい条件として、pH2.5のギ酸水溶液中で、常温で、30秒洗浄すれば、該繊維に含まれている塩基成分は中和され、同時に、該繊維内部から流出した可溶性蛋白質も除去されて、光沢のある細長繊維が得られる。

【0026】第1の態様の細長化獣毛繊維の場合、中和を終え、洗浄した繊維は実燃を解燃し、次いで無緊張下で乾燥にかける。乾燥とともに膨潤状態が解除されるため、直径方向に膨潤し長さ方向に収縮していた獣毛繊維は、直径方向に収縮するとともに長さ方向に伸張する。こうして繊維は細長化するが、バイラテラル構造を有する獣毛繊維においては、膨潤は均一ではなく、獣毛繊維の断面うちのオルソコルテックス側、即ち獣毛繊維が元々有していたクリンプの外側部分においてより大きかったため、解膨潤での長さの伸張の度合いもオルソコルテックス側でより大きい。そのため解膨潤によってオルソコルテックス側が外側になるようにクリンプが復元する。このようにして実長を変化することなく、クリンプ

を有する細長化獣毛繊維が形成される。以上の工程操作により、獣毛繊維の種類にもよるが、繊維直径で約15 \sim 20%減少し、繊維長は約35 \sim 45%増加する。

【0027】第2の態様の細長化獣毛繊維の場合、中和を終え、洗浄した繊維は実燃を解燃し、次いで緊張下で乾燥にかける。乾燥とともに膨潤状態が解除されるが緊張下にあるため繊維はクリンプすることなく、細長化され且つクリンプ発現能を有する形で形成される。こうして得られた第2の態様の細長化獣毛繊維は、クリンプ発現能を有するため、無緊張下で緩和処理を行うと残留歪が解除されてクリンプを発現することができる。クリンプを発現するための好ましい緩和処理は、水蒸気中または熱水中での湿熱処理である。特に好ましいのは水蒸気を用いる緩和処理である。

【0028】以下、一例として添付の図面に基づいて、本発明をさらに詳細に説明する。図1、図2、図3は、獣毛繊維の細長化工程の概略図である。獣毛スライバー(1)をフライヤー式撚掛機(2)でZ方向に16回/mの実撚を掛けてボビンに巻取る(図1)。これを図2に示すようにクリール(3)に装填したのち、引き出して可塑化、膨潤化のための前処理槽(4)に送り込む。可塑化、膨潤化した獣毛を、トップローラー(5)、(6)とボトムローラー(7)、(8)、(9)、(10)で構成されるニップローラー群でニップし、このニップローラー群と、トップローラー(11)、(12)とボトムローラー(13)、(14)、(15)で構成されたニップローラー群間で、その間に置かれた還元処理液槽(16)、スチーム処理機(17)内を通しながら、両ローラー群の回転速度の差を利用して延伸をかける。この装置では延伸倍率は速度比から、1.4倍(実質、1.20倍)から2.5倍(実質、1.80倍)まで可変である。次に、延伸された獣毛繊維を湯洗槽(18)に送るが、湯洗槽内では通常弛みが生じるため、これを避けるためにローラー(12)とローラー(19)との間でスライバーに1.01倍程度の延伸をかける。次に、酸化槽(20)、(22)および(24)に送り、それぞれの酸化槽内ではローラー(19)と(21)、(21)と(23)および(23)と(25)の間で1.01倍程度の延伸を掛けながら酸化処理を行い、次いで湯洗槽(26)に送る。湯洗槽内でもローラー(25)と(27)の間で1.01倍程度の延伸を掛けておく。湯洗処理した繊維を中和槽(28)に送る。中和槽中でも繊維をローラー(27)と(29)間で1.01倍程度の延伸をかけてわずかに緊張がかかった状態を保つ。中和した繊維を湯洗槽(30)に送り、ローラー(29)と(31)間で1.01倍程度に延伸しながら湯洗いし、さらにローラー(31)と(32)間で1.01倍延伸してコイラー式解燃機(33)で実燃を解き乾燥する。無緊張下で乾燥を行う場合は例えば図3に示すようなサクション式乾燥機(34)を用いて乾

燥する。

【0029】上記工程において、1本のトップローラーは2本のボトムローラーと対をなして構成されており、トップローラー(5)ボトムローラー(7)、(8)、トップローラー(6)ボトムローラー(9)、(10)、トップローラー(11)ボトムローラー(13)、(14)には、それぞれローラーの両端に600kg〜1000kgの荷重がかけられ、トップローラー

(5)、(6)、(11)の直径は例えば80mmであり、表面はゴム層で被覆され80度前後のゴム硬度が適当である。ボトムローラーは横溝が刻まれたステンレス製が好ましく、スライバーをローラー延伸により1.4倍〜2.2倍(実質、1.20〜1.60倍)に延伸にするに際しスヌケが生じないような構造になっている。前処理槽(4)には該処理溶液の補給タンク(35)が装備されており定量ポンプで薬剤が補給され、また還元処理槽(16)には前処理槽(4)と同じ液が補給タンク(36)から定量ポンプで補給される。更に、酸化槽(20)、(22)、(24)には補給タンク(37)、(38)、(39)と定量ポンプが、中和槽(28)には補給タンク(40)と定量タンクが装備されている。

【0030】第1の態様では、前処理槽(4)で獣毛スライバーを塩基性下で可塑化、膨潤化処理して高延伸しやすくし、前記還元剤を含む還元処理槽(16)、スチーマー(17)では獣毛繊維のシスチン架橋結合を該還元剤で切断して1.4〜2.2倍程度(実質、1.20〜1.60倍)に延伸して細長化を施す。酸化槽(20)、(22)、(24)では酸化剤で酸化してシスチン架橋を再架橋して、繊維が細長化した状態で獣毛蛋白質の分子構造を安定化させる。中和槽(28)では獣毛繊維に吸収させた塩基をギ酸等で中性付近まで中和すると同時に該繊維表面に溶出して繊維表面を被覆している可溶性蛋白質を除去して、クリンプ復元能を備えた光沢度の高い細化繊維を製造する。

【0031】第2の態様では、上記の図面を用いて詳細に説明した工程のうち、可塑化、膨潤化前処理工程

(4)に1g/lの重炭酸ソーダ、0.15g/lの炭酸ソ *

〔可塑化膨潤処理水溶液組成〕

モノエタノールアミン

苛性ソーダ

可塑化膨潤前処理の終わったスライバーを下記の組成の水溶液の入った還元槽(16)に送り80℃、30秒処理することにより、高温下での強力な還元処理を該繊維の内部まで到達できるように熱水状態で処理した。

〔還元処理水溶液組成〕

重亜硫酸ソーダ 30g/l

更にスチーム槽(17)中で95℃、70秒間、スチーム処理を行って還元処理を完結し、同時に、ローラー

(5)、(6)群のローラーの表面速度に対してローラ

*一ダで緩衝液を作り、浴のpHを9.0前後に調整し

て、30℃〜70℃、好ましくは40℃〜60℃、特に好ましくは60℃で、5分〜30分、好ましくは10分間浸漬し、還元処理槽(16)を通すことなく(例えば槽を空にして通し)、95℃で1分〜3分、好ましくは2分間スチーム処理(17)し、中和処理工程(28)でpH3〜5、好ましくはpH4.0〜4.5で、酢酸等で中和し、解熱して乾燥した該獣毛スライバーは、永久的セットではなく、一時的に伸長固定された潜在収縮性のある仮セットの状態にある。該スライバーにスチーム処理、温熱、熱湯処理を施すと該スライバーは元の長さに復元する。この性質を利用して嵩高い、膨らみのある獣毛紡績糸を得ることができ、また、該潜在収縮性のある獣毛繊維とその他の繊維、例えばポリエステル、ポリアミド、アクリル、綿などと混合して紡績し、得られた紡績糸を温熱または熱湯で処理すると該潜在収縮性のある繊維は紡績糸の内部でもとの長さに収縮し復元するため糸全体に膨らみがあり、嵩高性のある紡績糸が得られる。編物、織物にすると軽量で、嵩高性のある獣毛製品が得られる。

【0032】

【実施例】以下、実施例および比較例を挙げて本発明により具体的に説明するが、本発明はもとより下記実施例によって制限を受けるものではなく、前述の趣旨に適合しうる範囲で適当に変更して実施することはいずれも本発明の技術範囲に含まれる。

実施例 1

図1〜図3に記載した工程図に従って、平均繊維直径21.98μm、平均繊維長平均80mm(最長155mm)からなる37g/mのメリノ種羊毛スライバー(1)を図1に示すフライヤー式撚掛機(2)に送り16回/mに撚掛した。この羊毛スライバーを図2に示す細長化処理装置にかけた。加撚スライバーを1.3m/minの速度で下記の配合組成の水溶液の入った可塑化、膨潤前処理槽(4)に搬送し、弛緩状態で、40℃、30分間処理を行った。

2g/l

約10g/l

(水溶液pHを8.00とするに要する量)

一(11)、(12)群のローラー表面速度を2.1倍に設定し、両ローラー間で該スライバーを2.1倍延伸(実質、1.40倍)した。次に湯洗槽(18)に送り1.01倍の延伸を掛けて緊張状態で80℃、30秒間湯洗いし、更に80℃に設定した2.8重量%濃度の過酸化水素水溶液の入った酸化槽(20)、(22)および(24)に送り、ローラー間の速度比1.01倍で緊張状態を保ちながら酸化処理した。処理時間は各槽でそれぞれ40秒となるようにした。これを1.01倍に緊

張しながら70℃の湯洗槽(26)を通して30秒間湯洗いた後、やはり1.01倍の緊張下でpH2.5のギ酸水溶液の入った中和槽(28)に導いて常温で30秒間中和処理を行った。1.01倍の緊張下で湯洗槽(30)を通して、70℃、30秒間湯洗いし、コイラー式解撚機(33)に送って、撚を解きサクシオン式乾燥機(34)を用いて無緊張下で乾燥した。

【0033】得られた延伸羊毛スライバーは、白く光沢性があり、細長化され、表1に示す性状を有していた。この繊維は、1～2気圧の水蒸気でスチーム処理をする

【0034】比較例 1

前処理槽(4)を空にした以外はすべて実施例1の処理条件に従って処理した。得られた細化獣毛繊維の性状を表1に記載した。可塑化、膨潤化処理が十分に行われなかったため、羊毛繊維の高延伸処理が円滑に行われず、延伸過程で繊維の切断が発生した。そのためスライバー中に短繊維の発生が多くなり、このスライバーを紡績すると糸斑の原因となった。

【0035】比較例 2

ギ酸中和処理を省略すること以外は、すべて実施例1の方法に従って処理した。得られた細化獣毛繊維の性状を*

| | 繊維性状 | | | |
|--------------|-----------------------------|---------------|---------------|---------------------|
| | 平均繊維直径 (μm) | 平均繊維長 (mm) | 最長繊維長 (mm) | 20mm以下の短 繊維(質量%) |
| 実施例 1 | 18.68 | 111.2 | 215.0 | 8.6 |
| 比較例 1 | 20.25 | 77.4 | 180.5 | 28.6 |
| 比較例 2 | 18.79 | 98.6 | 198.6 | 25.8 |
| 上記の 未処理繊維 | 21.98 | 80.2 | 155.0 | 0.8 |
| 実施例 2 | 24.8 | 88.9 | — | — |
| 上記の 未処理繊維 | 27.4 | 78.3 | — | — |

【0038】実施例 3

平均繊維直径27.0ミクロン、平均繊維長70.0mmの羊毛スライバー37g/mをフライヤー式撚掛機(2)で16回/mに撚を加え、下記の処理条件以外実施例1の処理方法に従って処理を行った。

1. 可塑化、膨潤化前処理槽(4)の組成および処理時間、温度を変更：

重炭酸ソーダ 1.5g/l

炭酸ソーダ 0.15g/l

浸漬条件：60℃、10分間

2. 延伸倍率1.7倍(実質延伸倍率1.25倍)に変更、

3. 還元処理槽(16)を通さず、且つ過酸化水素によ

*表1に示す。還元処理羊毛に撚を加え、スチーム下で高延伸すると、繊維間に働く横圧力により羊毛繊維内部から可溶性蛋白質が流出し繊維表面に沈着し、乾燥すると繊維・繊維間の接着を生じるため、酸による中和処理を省略した場合、ギル開繊工程で繊維の切断をもたらしたため短繊維含量の増加が認められた。それと同時に、スチーム処理を該延伸スライバーに施しても撚縮の回復は乏しかった。これは羊毛の親塩基性であるオルソコルテックスが中和されずに膨潤状態にあるためであり、酸中和することにより初めてオルソコルテックスが脱膨潤した天然の羊毛の形態に戻り、スチーム処理でクリンプが復元できることを示している。

【0036】実施例 2

獣毛繊維として平均繊維直径27.4ミクロン、平均繊維長78.3mmのキッドモヘアからなる37g/mのスライバーを用い、フライヤー式撚掛機(2)で20回/mに撚を加えた以外は、実施例1の処理方法に従ってクリンプを有する細長化獣毛繊維を得た。得られた延伸獣毛繊維の性状を表1に示す。また、この処理により光沢のあるソフトなキッドモヘアに改質することができた。

【0037】

【表1】

る酸化処理(20、22、24)を省略し、80℃の熱水に変える、

4. ギ酸処理槽(28)を酢酸に変え、pH4.5で中和処理を行う

得られた繊維は構造が一時固定されたクリンプ発現能を有していた。処理前後の繊維の平均繊維直径および平均繊維長を表2に示した。この処理によって得られた羊毛スライバー70%と未延伸該27.0ミクロンスライバー30%とを用いて3/4Nmに紡績し、スチームによる緩和処理を施し糸の比容積を調べ、結果を表3に示した。

【0039】

【表2】

| | 未延伸羊毛 | 延伸仮セット羊毛 |
|--------------------------|-------|----------|
| 平均繊維直径 (μm) | 27.7 | 26.1 |
| 平均繊維長 (mm) | 70.0 | 79.8 |

【0040】

【表3】

| | 延伸仮セット糸3/4Nm スチーム処理後 | (○号) 通常の市販糸3/4Nm スチーム処理後 |
|------------------|-------------------------|--------------------------------|
| 紡績糸の比容 (cc/g) | 15.86 | 9.3 |

【0041】

【発明の効果】本発明によると、天然繊維の持つクリンプ性を損なうことなく、獣毛繊維の繊維直径を減少させ、繊維長を増加させる細長化繊維に改質することができた。羊毛繊維は、天然繊維であるが故に、必然的に細さ（繊維直径）、長さ（繊維長）に制約があり、その結果、細番手の紡績糸を製造することにおいてもその制約があった。本発明はこの制約を打破して、より細番手の獣毛糸を製造することが工業的に可能になり、一方、延伸条件を緩慢な条件処理、即ち、延伸仮セット程度のセット条件を採用すれば、膨らみがあり、軽量で、含気率の高く保温性に富む獣毛製品を得ることのできる細長化獣毛繊維の工業的製造をも可能となった。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明に用いる細長化獣毛繊維製造の撚掛工程およびその装置の1例の概略図。

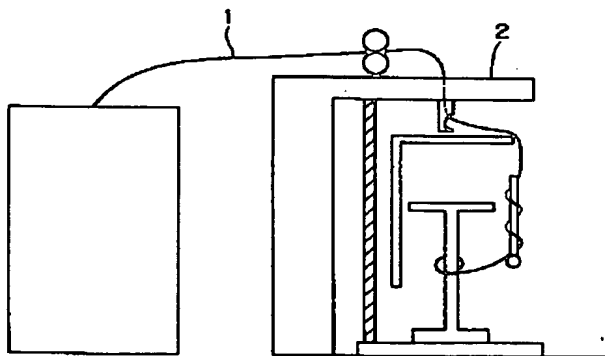
【図2】 本発明に用いる細長化獣毛繊維の製造工程およびその製造装置の概略図。

【図3】 本発明に用いる細長化獣毛繊維製造の乾燥工程およびその装置の1例の概略図。

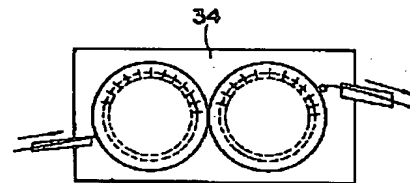
【符号の説明】

- (1) 実撚に加撚された獣毛スライバー
 (2) フライヤー式撚掛機
 (3) クリール
 (4) 可塑性・膨潤化のための前処理槽
 (5) (6) (7) (8) (9) (10) 高延伸用ローラー群
 (11) (12) (13) (14) (15) 高延伸用ローラー群
 (16) 還元槽
 (17) スチーマー
 (18) 湯洗槽
 (20) (22) (24) 酸化槽
 (26) 湯洗槽
 (28) 中和槽
 (30) 湯洗槽
 (33) コイラー式撚戻・解撚機
 (35) (36) (37) (38) (39) (40) 薬剤供給タンクおよびポンプ
 (34) サクション式乾燥機

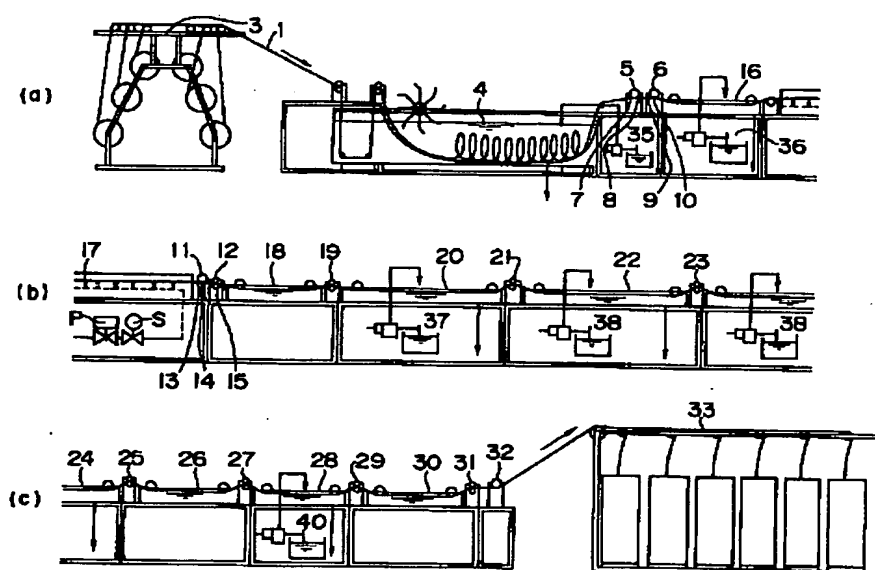
【図1】



【図3】



【図 2】



【手続補正書】

【提出日】平成11年7月22日（1999. 7. 22）

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0004

【補正方法】変更

【補正内容】

【0004】特開平5-500989号公報では、羊毛のステーブルファイバーを細長化するために仮燃方式による複雑な延伸装置および延伸方法が開示されているが、50～110g/m無燃スライバーあるいはロービングを0.25～1g/lの湿潤剤、蛋白質繊維内にメルカプトアニオンを生成させる可塑剤として、1～75g/lのナトリウム、アンモニウム、カリウムの亜硫酸塩、重亜硫酸塩、メタ重亜硫酸塩、単なるアルカリ、アルカリ塩、ナトリウムまたはアンモニウムチオグリコレートの記載があるが、これらによるメルカプトアニオンの生成は、アルカリ側ではじめて可能である。従って、蛋白質繊維のアルカリ下の延伸であるが、可塑化させるためには、十分な浸漬時間と比較的に高い温度が必要である。低温で、数秒程度の浸漬時間では、スライバー束を100%延伸、実質60%延伸しても、単繊維の切断が発生し、短繊維の多い延伸スライバーとなる。無燃のスライバーの蛋白質繊維を可塑化するために13.2m/minあるいは3m/minあるいは6m/minの速度で浸漬バスに送り、合成繊維の紡績工程でよく用いられる仮燃方式を用いて燃係数120あるいは180程度に燃掛し

100%程度延伸し、2分間の滞留時間でスチーム還元セットし、無燃の状態に戻して過酸化水素浴で酸化し、水洗、乾燥する方法であるが、永久セットを安定化させるために酸化・還元セットは行われているが、酸・塩基による中和処理は行われていない。従って、アルカリ性を帯びた延伸蛋白質繊維となり、後の工程での熱処理等によって黄変化の傾向をもたらす方法である。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0010

【補正方法】変更

【補正内容】

【0010】

【発明の実施の形態】本発明の細長化獣毛繊維は、獣毛繊維を実質1.20～1.60倍、好ましくは1.25～1.50倍に延伸することにより細長化され、細長化された状態が一時的または永久的に固定されたものである。ひとつの態様では、本発明の細長化獣毛繊維は、細長化形態が実質的に永久的に固定された天然の獣毛では存在しない細さを有し、且つ羊毛本来のクリンプを有する繊維である。また、もうひとつの態様では、本発明の細長化獣毛繊維は、細化状態が一時的に固定されており、緩和処理によりクリンプを発現することのできる繊維である。通常繊維に延伸を加えた場合、完全な塑性変形ということはいえず、弾性変形が含まれるため、延伸後弾性変形の部分は変形を回復する。そのため印加した延伸倍率の大きさと繊維に残る実質延伸倍率とは異なる。

る。本発明において、これを区別して表すため、加撚された繊維束の実質延伸倍率を「実質」を加えて表現した。また、「細長化形態が永久的に固定されている」とは、紡績や染色工程などを含む通常の繊維の取り扱いや処理によっては形成された細長形態が実質的に失われないことを意味する。また、「細長化形態が一時的に固定されている」とは、細長化形態の固定が永久的または半永久的でなく、何らかの緩和処理によって、細長化形態が失われ得る固定状態のことを言う。また、「クリンプ発現能」とは、緩和処理することにより、獣毛がもともと有していたクリンプを再生することができることをいう。クリンプ復元や一次的に固定された細長化状態からの開放をもたらすための緩和処理としては温水、熱水、スチーム処理が挙げられる。特に好ましい緩和処理方法は熱水またはスチーム処理である。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0022

【補正方法】変更

【補正内容】

【0022】膨潤可塑化された獣毛繊維を、延伸に先だって、繊維組織中のジスルフィド結合-S-S-を切断するために還元処理を行う。還元処理に用いることのできる還元剤としては、ナトリウム、カリウムまたはアンモニウムの亜硫酸塩、重亜硫酸塩またはメタ重亜硫酸塩、チオグリコール酸ナトリウム、チオグリコール酸アンモニウム、モノエタノールアミンサルファイド、モノエタノールアミンバイサルファイド等を例示できる。好ましくは重亜硫酸ナトリウムまたは亜硫酸ナトリウムである。これらの還元剤による還元処理は還元剤の種類および濃度によって異なるが、通常は60～100℃で1分～3分間、好ましくは80～100℃で1分～2分間である。また水溶液中での還元剤の濃度は10～50g/l、好ましくは20～40g/lである。還元程度は、全ジスルフィド結合の少なくとも25%であることが好ましく、25～40%であることがより好ましい。特に好ましくは25～30%である。本発明の第2の態様の細長化獣毛繊維の製造においては、この還元工程は行うことなく、膨潤可塑化した獣毛スライバーをそのまま延伸工程にかける。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0023

【補正方法】変更

【補正内容】

【0023】可塑化、膨潤化処理、または更に還元処理を十分に行った獣毛繊維は、実質倍率として1.20倍以上、好ましくは1.20～1.60倍、特に好ましくは1.30～1.60倍に延伸される。延伸は80～100℃の熱水中、または90～95℃の水蒸気中で行うことに

より粗糸切れを少なくして延伸することができる。延伸は異なる表面速度で回転するローラー間で行なうことができる。また延伸は必ずしも1段で行う必要はなく、多段に行ってもよく、一般には後者の方がより安定に高延伸倍率まで可能となる。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0026

【補正方法】変更

【補正内容】

【0026】第1の態様の細長化獣毛繊維の場合、中和を終え、洗浄した繊維は実撚を解撚し、次いで無緊張下で乾燥にかける。乾燥とともに膨潤状態が解除されるため、直径方向に膨潤し長さ方向に収縮していた獣毛繊維は、直径方向に収縮するとともに長さ方向に伸張する。こうして繊維は細長化するが、バイラテラル構造を有する獣毛繊維においては、膨潤は均一ではなく、獣毛繊維の断面うちのオルソコルテックス側、即ち獣毛繊維が元々有していたクリンプの外側部分においてより大きかったため、脱膨潤での長さの伸張の度合いもオルソコルテックス側でより大きい。そのため脱膨潤によってオルソコルテックス側が外側になるようにクリンプが復元する。このようにして実長を変化することなく、クリンプを有する細長化獣毛繊維が形成される。以上の工程操作により、獣毛繊維の種類にもよるが、繊維直径で約15～20%減少し、繊維長は約35～45%増加する。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0029

【補正方法】変更

【補正内容】

【0029】上記工程において、1本のトップローラーは2本のボトムローラーと対をなして構成されており、トップローラー(5)ボトムローラー(7)、(8)、トップローラー(6)ボトムローラー(9)、(10)、トップローラー(11)ボトムローラー(13)、(14)には、それぞれローラーの両端に600kg～1000kgの荷重がかけられ、トップローラー(5)、(6)、(11)の直径は例えば80mmであり、表面はゴム層で被覆され80度前後のゴム硬度が適当である。ボトムローラーは横溝が刻まれたステンレス製が好ましく、スライバーをローラー延伸により1.4倍～2.2倍(実質、1.20～1.60倍)に延伸するに際しスヌケが生じないような構造になっている。前処理槽(4)には該処理溶液の補給タンク(35)が装備されており定量ポンプで薬剤が補給され、また還元処理槽(16)には前処理槽(4)と同じ液が補給タンク(36)から定量ポンプで補給される。更に、酸化槽(20)、(22)、(24)には補給タンク(37)、(38)、(39)と定量ポンプが、中和槽(28)には補

給タンク（４０）と定量タンクが装備されている。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0031

【補正方法】変更

【補正内容】

【0031】第２の態様では、上記の図面を用いて詳細に説明した工程のうち、可塑化、膨潤化前処理工程

（４）に 1g/l の重炭酸ソーダ、0.15g/l の炭酸ソーダで緩衝液を作り、浴の pH を 9.0 前後に調整して、30℃～70℃、好ましくは 40℃～60℃、特に好ましくは 60℃で、5分～30分、好ましくは 10 分間浸漬し、還元処理槽（１６）を通すことなく（例えば槽を空にして通し）、95℃で 1分～3分、好ましくは 2 分間スチーム処理（１７）し、中和処理工程（２８）

で pH 3～5、好ましくは pH 4.0～4.5 で、酢酸等で中和し、解燃して乾燥した該獣毛スライバーは、永久的セットではなく、一時的に伸長固定された潜在収縮性のある仮セットの状態にある。該スライバーにスチーム処理、温熱、熱湯処理を施すと該スライバーは元の長さに復元する。この性質を利用して嵩高い、膨らみのある獣毛紡績糸を得ることができ、また、該潜在収縮性のある獣毛繊維とその他の繊維、例えばポリエステル、ポリアミド、アクリル、綿などと混毛して紡績し、得られた紡績糸を温熱または熱湯で処理すると該潜在収縮性のある繊維は紡績糸の内部でもとの長さに収縮し復元するため糸全体に膨らみがあり、嵩高性のある紡績糸が得られる。編物、織物にすると軽量で、嵩高性のある獣毛製品が得られる。

【手続補正書】

【提出日】平成 12 年 4 月 28 日（2000. 4. 28）

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】塩基により膨潤可塑化してバイラテラル構造からなる獣毛繊維に異方性膨潤を与えた後、実質 1.20～1.60 倍に延伸して得られた細長化形態が固定されたクリンプを有する細長化獣毛繊維。

【請求項 2】塩基により膨潤可塑化してバイラテラル構造からなる獣毛繊維に異方性膨潤を与えた後、実質 1.20～1.30 倍に延伸して得られた細長化形態が一時的に固定され、酸による脱膨潤と湿熱処理によりクリンプを復元する能力を有する細長化獣毛繊維。

【請求項 3】以下の工程：

- a) 獣毛スライバーに実燃を加える工程、
 - b) 加燃獣毛スライバーを塩基性水溶液により膨潤可塑化して、バイラテラル構造からなる獣毛繊維に異方性膨潤を付与する工程、
 - c) 異方性膨潤可塑化繊維中のジサルファイド結合を切断する還元工程、
 - d) 還元された異方性膨潤可塑化繊維を実質 1.20～1.60 倍に延伸する延伸工程、
 - e) 延伸獣毛繊維を酸化することによりジサルファイド結合を再生する工程、
 - f) 酸により中和処理して脱膨潤させる工程、
 - g) 弛緩状態での乾燥工程、
- を含む請求項 1 に記載の細長化獣毛繊維の製造方法。

【請求項 4】以下の工程：

- a) 獣毛スライバーに実燃を加える工程、
- b) 加燃獣毛スライバーを塩基性水溶液により膨潤可塑化して、バイラテラル構造からなる獣毛繊維に異方性膨潤を付与する工程、
- c) 異方性膨潤可塑化繊維を実質 1.20～1.30 倍に延伸する延伸工程、
- d) 酸により中和処理して脱膨潤する工程、
- e) 緊張下での乾燥工程、

を含む請求項 2 に記載の細長化獣毛繊維の製造方法。

【請求項 5】異方性膨潤可塑化と還元とを 1 工程で行う請求項 3 に記載の細長化獣毛繊維の製造方法。

【請求項 6】異方性膨潤可塑化処理が、加燃獣毛スライバーを膨潤剤および可塑化剤を含む pH 7.6～10.5 の塩基性水溶液中に、30℃～80℃で 5分～40 分間浸漬して行われる請求項 3 または 4 に記載の製造方法。

【請求項 7】異方性膨潤可塑化剤がモノエタノールアミン、アルカリ金属またはアンモニウムの炭酸塩または重炭酸塩から選ばれる塩基である請求項 3～6 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 8】還元剤がアルカリ金属またはアンモニウムの重亜硫酸塩または亜硫酸塩から選ばれる請求項 3 に記載の製造方法。

【請求項 9】延伸処理が熱水中または加熱水蒸気中で行われる請求項 3～6 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 10】延伸獣毛繊維の酸化が過酸化水素を用いて行われる請求項 3 に記載の製造方法。

【請求項 11】中和処理がギ酸を用いて行われる請求項 3～6 のいずれかに記載の製造方法。

【請求項 12】請求項 2 に記載の細長化獣毛繊維と未延伸獣毛繊維とを混合し紡績した後、一時的に形態固定された獣毛繊維を元の長さに戻すことによる膨らみのあ

る獣毛紡績糸の製造方法。

【請求項 13】 元の長さに戻すために混紡糸を 40～100℃の温熱水または 1～2 気圧の水蒸気で処理する請求項 12 に記載の方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正内容】

【0007】本発明は、塩基により膨潤可塑性化してバイラテラル構造からなる獣毛繊維に異方性膨潤を与えた後、実質 1.20～1.60 倍に延伸して得られた細長化形態が固定されたクリンプを有する細長化獣毛繊維に関する。また、本発明は、以下の工程：

- a) 獣毛スライバーに実燃を加える工程、
 - b) 加燃獣毛スライバーを塩基性水溶液により膨潤可塑性化して、バイラテラル構造からなる獣毛繊維に異方性膨潤を付与する工程、
 - c) 異方性膨潤可塑性化繊維中のジサルファイド結合を切断する還元工程、
 - d) 還元された異方性膨潤可塑性化繊維を実質 1.20～1.60 倍に延伸する延伸工程、
 - e) 延伸獣毛繊維を酸化することによりジサルファイド結合を再生する工程、
 - f) 酸により中和処理して脱膨潤させる工程、
 - g) 弛緩状態での乾燥工程、
- を含む上記の細長化獣毛繊維の製造方法に関する。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0008

【補正方法】変更

【補正内容】

【0008】更に、本発明は、塩基により膨潤可塑性化してバイラテラル構造からなる獣毛繊維に異方性膨潤を与えた後、実質 1.20～1.30 倍に延伸して得られた細長化形態が一時的に固定され、酸による脱膨潤と湿熱処理によりクリンプを復元する能力を有する細長化獣毛繊維に関する。更にまた、本発明は、以下の工程：

- a) 獣毛スライバーに実燃を加える工程、
 - b) 加燃獣毛スライバーを塩基性水溶液により膨潤可塑性化して、バイラテラル構造からなる獣毛繊維に異方性膨潤を付与する工程、
 - c) 異方性膨潤可塑性化繊維を実質 1.20～1.30 倍に延伸する延伸工程、
 - d) 酸により中和処理して脱膨潤する工程、
 - e) 緊張下での乾燥工程、
- を含む上記の細長化獣毛繊維の製造方法に関する。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正内容】

【0009】より詳しくは、本発明は、異方性膨潤可塑性化処理が、加燃獣毛スライバーを膨潤剤および可塑性化剤を含む pH 7.6～10.5 の塩基性水溶液中に、30℃～80℃で 5 分～40 分間浸漬して行われる上記いずれかに記載の製造方法に関する。加えて、本発明は、上記クリンプ復元能を有する細長化獣毛繊維と未延伸獣毛繊維とを混合し紡績した後、一時的に形態固定された獣毛繊維を元の長さに戻すことによる膨らみのある獣毛紡績糸の製造方法に関する。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0010

【補正方法】変更

【補正内容】

【0010】

【発明の実施の形態】本発明の細長化獣毛繊維は、獣毛繊維を実質 1.20～1.60 倍、または 1.20～1.30 倍に延伸することにより細長化され、細長化された状態が一時的または永久的に固定されたものである。ひとつの態様では、本発明の細長化獣毛繊維は、細長化形態が実質的に永久的に固定された、天然の獣毛では存在しない細さを有し、且つ羊毛本来のクリンプを有する繊維である。また、もうひとつの態様では、本発明の細長化獣毛繊維は、細化状態が一時的に固定されており、緩和処理によりクリンプを復元することのできる繊維である。通常繊維に延伸を加えた場合、完全な塑性変形ということはありえず、弾性変形が含まれるため、延伸後弾性変形の部分は変形を回復する。そのため印加した延伸倍率の大きさと繊維に残る実質延伸倍率とは異なる。本発明において、これを区別して表すため、加燃された繊維束の実質延伸倍率を「実質」を加えて表現した。また、「細長化形態が永久的に固定されている」とは、紡績や染色工程などを含む通常の繊維の取り扱いや処理によっては形成された細長形態が実質的に失われないことを意味する。また、「細長化形態が一時的に固定されている」とは、細長化形態の固定が永久的または半永久的でなく、何らかの緩和処理によって、細長化形態が失われ得る固定状態のことを言う。また、「クリンプ復元能」とは、緩和処理することにより、獣毛がもともと有していたクリンプを再生することができることをいう。クリンプ復元や一次的に固定された細長化状態からの開放をもたらすための緩和処理としては温水、熱水、スチーム処理等の湿熱処理が挙げられる。特に好ましい緩和処理方法は熱水またはスチーム処理である。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0011

【補正方法】変更

【補正内容】

【0011】本発明における獣毛繊維の可塑性、膨潤化処理は延伸処理を円滑に行い、しかも細長化状態を永久的に固定化するために最も重要な工程であり、本発明の細長化獣毛繊維の製造方法の本質をなすものである。以下、本発明の基礎をなす技術思想について説明する。

1) 獣毛繊維はスピンドル形状をした細胞組織から成り立っており、緻密な組織からなるパラコルテックスと、緻密性と規則性が低い組織からなるオルソコルテックスからなり、したがってパラコルテックスの密度(1.280より高い)はオルソコルテックスの密度(1.280より低い)より高く、バイラテラル構造を有しクリンプの形成に深く関与している。パラコルテックスは、常にクリンプ湾曲の内側に位置し、一方オルソコルテックスは外側に位置し、量的にはパラコルテックスよりもオルソコルテックスが支配的である。オルソコルテックスは、塩基性染料により染色されやすく、一方パラコルテックスは酸性染料に染色されやすい。この意味から、オルソコルテックスは、親塩基性であり、パラコルテックスは親酸性である。獣毛繊維を苛性ソーダや炭酸ソーダ、あるいは有機アミン等の塩基性の薬剤の水溶液に浸漬すると、当然、塩基性薬剤は親酸性のパラコルテックスよりも親塩基性のオルソコルテックスに選択的吸収(即ち、異方性膨潤)され、オルソコルテックスは繊維の断面方向に、その量的関係もあって、約2倍程度膨潤し、その結果、ケラチン蛋白質の高分子鎖の結合が弛み、当然延伸性を高めることになる。本発明はこの性質を十分に利用したものである。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0012

【補正方法】変更

【補正内容】

【0012】2) パラコルテックスはシスチン含量がオルソコルテックスよりも高く、当然パラコルテックスはシスチン架橋密度が高く可塑性、膨潤化されにくい、重亜硫酸ソーダ等の還元剤であるシスチン架橋切断剤を用いてシスチン架橋結合を切断することにより延伸性を高めることができる。切断された架橋は、延伸後の工程で、酸化剤的作用によってシスチン/システイン(—S—S—)の交換反応を利用して再架橋され、細長化された獣毛繊維の構造が固定される。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0020

【補正方法】変更

【補正内容】

【0020】第2の工程では、加撚獣毛スライバーを塩基によって膨潤可塑性化する。上記したように膨潤可塑性化により、獣毛繊維は径を増すとともに長さ方向に収縮するが、獣毛繊維はクリンプの外側は大部分オルソコルテックスからなり、一方クリンプの内側は大部分パラコルテックスからなるバイラテラル構造を有している。また、オルソコルテックスは塩基に対してより親和性を有するため、塩基による膨潤、可塑性化はオルソコルテックスにおいてより大きい(異方性膨潤)である。したがって、塩基を用いて膨潤する場合、クリンプの外側であるオルソコルテックスがより繊維断面方向に膨潤し、逆に、長さ方向が収縮するため、クリンプは失われ、直線状またはそれに近い形態となる。本発明において、必要な膨潤の程度は、体積膨潤度が少なくとも2.0倍であることが好ましく、2.0~2.5倍であることがより好ましい。特に好ましくは2.0~2.1倍である。

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0036

【補正方法】変更

【補正内容】

【0036】比較例3

獣毛繊維として平均繊維直径27.4ミクロン、平均繊維長78.3mmのキッドモヘアからなる37g/mのスライバーを用い、フライヤー式撚掛機(2)で20回/mに撚を加えた以外は、実施例1の処理方法に従って細長化獣毛繊維を得た。しかし本繊維は異方性バイラテラル構造を持たないためクリンプは発現しなかつた。得られた延伸獣毛繊維の性状を表1に示す。なお、この処理により光沢のあるソフトなキッドモヘアが得られた。

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0037

【補正方法】変更

【補正内容】

【0037】

【表1】

| | 繊維性状 | | | |
|--------------|-----------------------------|---------------|---------------|---------------------|
| | 平均繊維直径 (μm) | 平均繊維長 (mm) | 最長繊維長 (mm) | 20mm以下の短 繊維(重量%) |
| 実施例 1 | 18.68 | 111.2 | 215.0 | 8.6 |
| 比較例 1 | 20.25 | 77.4 | 180.5 | 28.6 |
| 比較例 2 | 18.79 | 98.6 | 198.6 | 25.8 |
| 上記の 未処理繊維 | 21.98 | 80.2 | 155.0 | 0.8 |
| 比較例 3 | 24.8 | 86.9 | — | — |
| 上記の 未処理繊維 | 27.4 | 78.3 | — | — |

【手続補正 11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0038

【補正方法】変更

【補正内容】

【0038】実施例 2

平均繊維直径 27.0 ミクロン、平均繊維長 70.0 mm の羊毛スライバー 37g/m をフライヤー式撚掛機 (2) で 16 回/m に撚を加え、下記の処理条件以外実施例 1 の処理方法に従って処理を行った。

1. 可塑化、膨潤化前処理槽 (4) の組成および処理時間、温度を変更：

重炭酸ソーダ 1.5g/l

炭酸ソーダ 0.15g/l

浸漬条件：60℃、10 分間

2. 延伸倍率 1.7 倍 (実質延伸倍率 1.25 倍) に変更、

3. 還元処理槽 (16) を通さず、且つ過酸化水素による酸化処理 (20、22、24) を省略し、80℃の熱水に変える、

4. ギ酸処理槽 (28) を酢酸に変え、pH 4.5 で中和処理を行う

得られた繊維は構造が一時固定されたクリンプ発現能を有していた。処理前後の繊維の平均繊維直径および平均繊維長を表 2 に示した。この処理によって得られた羊毛スライバー 70% と未延伸該 27.0 ミクロンスライバー 30% とを用いて 3/4 Nm に紡績し、スチームによる緩和処理を施し糸の比容積を調べ、結果を表 3 に示した。

フロントページの続き

(72) 発明者 山田 優
愛知県葉栗郡木曽川町黒田 25-1 倉敷紡績株式会社木曽川工場内

(72) 発明者 唐川 忠士
三重県津市江戸橋 3-85 倉敷紡績株式会社津工場内

F ターム (参考) 4L031 AA03 AB01 BA11 BA13 BA17
BA36 CA01 CA02 CA03 CA09
DA00

4L036 MA08 MA10 MA35 PA03 PA10
PA21 PA31 RA04 UA01